

⑫ 公開特許公報(A)

平1-143821

⑤ Int. Cl.⁴A 61 K 7/42
7/02

識別記号

庁内整理番号

6971-4C
P-7306-4C

⑬ 公開 平成1年(1989)6月6日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全9頁)

⑭ 発明の名称 化粧品

⑯ 特 願 昭62-302793

⑰ 出 願 昭62(1987)11月30日

⑱ 発 明 者 田 中 俊 宏 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研究所内
 ⑱ 発 明 者 熊 谷 重 則 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研究所内
 ⑱ 発 明 者 横 山 広 幸 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研究所内
 ⑲ 出 願 人 株式会社資生堂 東京都中央区銀座7丁目5番5号

明 細 書

1. 発明の名称

化粧品

2. 特許請求の範囲

(1) 板状の金属酸化物又は複金属酸化物の粒子中に、異種の微粒子粉末を1種又は2種以上実質的に均一に分散して成る複合化粉末を配合してなる化粧品。

(2) 複合化粉末が疎水化処理された特許請求の範囲第1項記載の化粧品。

(3) 板状の金属酸化物又は複金属酸化物が、酸化チタン、酸化亜鉛、二酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化ジルコニア、酸化鉄、酸化マグネシウム、チタン酸カルシウム、チタン酸ストロンチウム、チタン酸バリウム、ジルコン酸カルシウム、フェライト類から選ばれる特許請求の範囲第1項又は第2項記載の化粧品。

(4) 板状の金属酸化物又は複金属酸化物が、二酸化チタン、微粒子粉末が二酸化ケイ素である特

許請求の範囲第1項又は第2項記載の化粧品。

(5) 板状の金属酸化物又は複金属酸化物が、二酸化ケイ素、微粒子粉末が二酸化チタンである特許請求の範囲第1項又は第2項記載の化粧品。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、高い紫外線防御能を有するサンスクリーン効果の高い化粧品に関する。さらに詳しくは、板状の金属酸化物又は複金属酸化物の粒子中にこれと異種の微粒子粉末を1種又は2種以上実質的に均一に分散してなる複合化粉末を配合することにより、サンスクリーン効果を高めた化粧品に関する。

〔従来の技術〕

従来のサンスクリーン化粧品において、サンスクリーン効果を高める為に、オキシベンゾン、パラジメチル安息香酸エチルヘキシルエスエル等の紫外線吸収剤の配合、微粒子二酸化チタン、酸化亜鉛等の配合が行われてきた。

〔発明が解決しようとする問題点〕

しかしながら、紫外線吸収剤を配合した場合、光又は熱等による劣化から生じる着色、あるいは安全性に問題があった。又、微粒子二酸化チタン、酸化亜鉛等を多量配合すると、すべりが悪くなり肌上での伸展性が悪化し、むらづくという欠点を有していた。

〔問題点を解決する為の手段〕

本発明者らは、上記状況に鑑みて、鋭意検討を行った結果、板状の金属酸化物又は複金属酸化物の粒子中に、これと異種の微粒子粉末を1種又は2種以上実質的に均一に分散してなる複合化粉末が、高い紫外線防御効果を有する事を見出し、この複合化粉末を配合してなる化粧品は、すべりが良く、肌上での伸展性に優れ、適度な被覆力を有し、むらつきしない、さらに安定性の良い、高い紫外線防御効果を有するサンスクリーン化粧品であることを見出し、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。

すなわち本発明は、板状の金属酸化物又は複金属酸化物の粒子中に、これと異種の微粒子粉末を

ても良い。但し一般に化粧品に適用できる粉末であれば良く、上記粉末に限定されるものではない。

本発明に適用される微粒子粉末は、その粒径が $0.01 \sim 0.5 \mu\text{m}$ の範囲のものであり、好ましくは、 $0.02 \sim 0.2 \mu\text{m}$ である。 $0.01 \mu\text{m}$ 未満であると凝集性が強すぎ、金属酸化物又は複金属酸化物の粒子中への分散が困難となり、本発明の複合化粉末を得ることが出来ない。又、 $0.5 \mu\text{m}$ を越えると、複合化粉末の紫外線防御効果が低下し、本発明の目的とするサンスクリーン効果の高い化粧品を得ることが出来なくなる。

本発明の複合化粉末は、この微粒子粉末の1種又は2種以上を均一に分散した金属化合物溶液を、基板上に塗布して乾燥後、熱分解して金属酸化物薄膜又は複金属酸化物薄膜とし、これを粉砕処理し整粒することにより得られる〔熱分解法〕。金属化合物としては、ある種の金属石鹸 $(\text{RCOO})_n\text{Me}$ 、金属アルコキシド $(\text{RO})_n\text{Me}$ およびキレートなどがある。これらのなかで市

1種又は2種以上実質的に均一に分散してなる複合化粉末を配合してなる化粧品に関する。

以下、本発明の構成について詳述する。

本発明の金属酸化物とは一般に Me_xO_y で表される化合物であり $\text{Me}=\text{Ti}$ 、 Zn 、 Si 、 Al 、 Fe 、 Hg 、 Zr 等の金属元素である。具体的には、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化鉄、酸化マグネシウム、酸化ジルコニア等の金属酸化物である。

又、本発明の複金属酸化物とはチタン酸塩、フェライト等があり具体的には CaTiO_3 、 SrTiO_3 、 BaTiO_3 、 NiFe_2O_4 、 CoFe_2O_4 、 CaZrO_3 等の複金属酸化物である。

本発明の微粒子粉末とは、アルミニウムマグネシウムシリケート、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、硫酸バリウム、二酸化ケイ素、二酸化チタン、酸化亜鉛、窒化ほう素、酸化鉄、カーボンブラック、酸化クロム等の無機粉末、赤色226号、黄色205号、青色404号等の有機粉末の中から選ばれる。1種を用いても良いし2種以上を用い

販品として入手しやすい化合物に金属の2-エチルヘキサン酸塩、ナフテン酸塩及びアルコキシドがある。但し、適当な条件を選んで塗布後、熱分解により、金属酸化物又は複金属酸化物の薄膜を生成出来れば、特にこれらの化合物に限定されるものではない。

本発明の板状の金属酸化物又は複金属酸化物の粒子中に、これと異種の微粒子粉末を1種又は2種以上実質的に均一に分散してなる複合化粉末の粒子径は、 $1 \sim 100 \mu\text{m}$ の範囲であり、好ましくは $1 \sim 60 \mu\text{m}$ の範囲である。 $1 \mu\text{m}$ 未満であると、すべりが悪くなり肌上での伸展性が悪化して本発明の目的とする化粧品を得ることができない。一方、 $100 \mu\text{m}$ を越えると、肌へのザラザラとした違和感を生じ、化粧品として好ましくない。

又、本発明複合化粉末の粒子の厚みは、 $0.03 \sim 0.1 \mu\text{m}$ であり、好ましくは、 $0.05 \sim 0.08 \mu\text{m}$ である。 $0.03 \mu\text{m}$ 未満であると微粒子粉末の均一な分散が困難となり、本発明の複合化粉末を得ることが出来ない。一方、 $1 \mu\text{m}$ を越えると、板状という

粒子形状に調整することが困難となり本発明の複合化粉末を得ることが出来ない。

本発明の板状の金属酸化物又は複金属酸化物の粉末中に、これと異種の微粒子粉末を一種又は二種以上実質的に均一に分散してなる複合化粉末は、配合する化粧料の目的に応じ、適宜疎水化処理してもかまわない。

ここで言う疎水化処理の方法は、メチルヒドロジェンポリシロキサン、高粘度シリコーンオイル、シリコーン樹脂等のシリコーン化合物による処理、アニオン活性剤、カチオン活性剤等の界面活性剤による処理、ナイロン、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレン、テフロン、ポリアミノ酸等の高分子化合物のよる処理、金属石鹸、親油性ワックス、多価アルコール部分エステル又は完全エステル等もよる処理等がある。但し一般に粉末の疎水化処理に適用できる方法であれば良く、これらの方法に限定されるものではない。

本発明の化粧料には、前記の複合化粉末の他に、通常化粧料に用いられる他の成分を必要に応

じて適宜配合することができる。例えばタルク、カオリン、セリサイト、白雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、合成フッ素金雲母、パーミキュライト、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、珪ソウ土、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウム、硫酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、シリカ、ヒドロキシアパタイト、ゼオライト、窒化ホウ素、セラミックスパウダー等の無機粉末、ナイロンパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ベンゾグアナミンパウダー、ポリ四弗化エチレンパウダー、ジスチレンベンゼンポリマーパウダー、エポキシパウダー、アクリルパウダー、微結晶性セルロース等の有機粉体、酸化チタン、酸化亜鉛等の無機白色顔料、酸化鉄（ベンガラ）、チタン酸鉄等の無機赤色系顔料、 γ -酸化鉄等の無機褐色系顔料、黄酸鉄、黄土等の無機黄色系顔料、黒酸化鉄、カーボンブラック等の無機黒色系顔料、マンガバイオレット、コバルトバイオレット等の無機

紫色系顔料、酸化クロム、水酸化クロム、チタン酸コバルト等の無機緑色系顔料、群青、紺青等の無機青色系顔料、酸化チタン被覆雲母、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆タルク、魚鱗箔、着色酸化チタン被覆雲母等のパール顔料、アルミニウムパウダー、銅パウダー等の金属粉末顔料、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色228号、赤色405号、橙色203号、橙色204号、黄色205号、黄色401号及び青色404号等の有機顔料、赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色227号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、橙色205号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、緑色3号及び青色1号のジルコニウム、バリウム又はアルミニウムレーキ等の有機顔料、クロロフィル、 β -カロチン等の天然色素、スクワラン、流動パラフィン、ワセリン、マイクロクリスタリンワックス、オゾケライト、セレシン、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、イソステアリン酸、

セチルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、2-エチルヘキサン酸セチル、パルミチン酸2-エチルヘキシル、ミリスチン酸2-オクチルドデシル、ジ-2-エチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール、トリ-2-エチルヘキサン酸グリセロール、オレイン酸2-オクチルドデシル、ミリスチン酸イソプロピル、トリイソステアリン酸グリセロール、トリヤシ油脂肪酸グリセロール、オレイン酸2-オクチルドデシル、ミリスチン酸イソプロピル、トリイソステアリン酸グリセロール、トリヤシ油脂肪酸グリセロール、オリーブ油、アボガド油、ミツロウ、ミリスチン酸ミリスチル、ミンク油、ラノリン等の各種炭化水素、シリコーン油、高級脂肪酸、油脂類、エステル類、高級アルコール、ロウ類等の油性成分、アルキッド樹脂、尿素樹脂等の樹脂、カンファ、クエン酸アセトトリブチル等の可塑剤、紫外線吸収剤、酸化防錆剤、防錆剤、界面活性剤、保湿剤、香料、増粘剤等が挙げられる。

〔発明の効果〕

本発明の板状の金属酸化物又は複金属酸化物の粉末中に、これと異種の微粒子粉末を1種又は2種以上実質的に均一に分散してなる複合化粉末は、高い紫外線防御能があり、いかなる化粧品へ配合しても、劣化を生じない。この複合粉末を配合してなる本発明の化粧品は、すべりが良く、肌上での伸展性に優れ、適度なカバー力を有し、むらつきしない、高い紫外線防御効果を有する化粧品である。

又、本発明の板状の金属酸化物又は複金属酸化物の粉末中に、これと異種の微粒子粉末を1種又は2種以上実質的に均一に分散してなる複合化粉末は、本発明の紫外線防御効果の他に、着色された複合化粉末、適度に隠蔽力が調整された複合化粉末、赤外線を吸収する複合化粉末等、本発明とは異なる効果を有する機能性粉末としても期待出来る。

次に、本発明に用いられる複合化粉末の製造例を示す。なお、本発明の複合化粉末は、熱分解法

等の常法いずれでも製造可能であり、これにより限定されるものではない。

製造例1 板状の二酸化ケイ素の粒子中に微粒子二酸化チタンを分散して成る複合化粉末

(二酸化チタン含有板状二酸化ケイ素)

(C_4H_9O)₄Si 574重量部(以下、部と略す)にブタノールを加え、30wt%溶液とし、これに微粒子のTiO₂(粒径0.03~0.06 μ m)100部を添加し充分分散混合する。この分散液を基板に塗布したのち、100℃で1時間乾燥した後、900℃で10時間焼成し酸化物薄膜とした。このものを粉碎処理後フルイ処理して、板状の複合化粉末を得た。

この様にして得られた複合化粉末は、板状の二酸化ケイ素の粒子中に微粒子二酸化チタンを均一に分散して成る複合化粉末であり、両者の組成は、50wt%:50wt%であった。また粒子径が、4~7 μ m、粒子の厚みが、0.1~0.15 μ mの板状粒子であった。

製造例2 板状の酸化亜鉛の粒子中に微粒子二酸化ケイ素を分散して成る複合化粉末 (二酸化ケイ素含有板状酸化亜鉛)

2-エチルヘキサン酸亜鉛 595部にベンゼンを加え、20wt%溶液とし、これに微粒子のSiO₂(粒径0.02~0.09 μ m)100部を添加し充分分散混合する。この分散液を基板上に塗布したのち、80℃で1時間乾燥した後、600℃で12時間焼成し酸化物薄膜とした。このものを粉碎処理後フルイ処理して、板状の複合化粉末を得た。

この様にして得られた複合化粉末は、板状の酸化亜鉛の粒子中に微粒子二酸化ケイ素を均一に分散して成る複合化粉末であり、両者の組成は、70wt%:30wt%であった。また粒子径が、8~15 μ m、粒子の厚みが、0.2~0.4 μ mの板状粒子であった。

製造例3 板状の二酸化チタンの粒子中に微粒子二酸化ケイ素を分散して成る複合化粉末

(二酸化ケイ素含有板状二酸化チタン)

(C_4H_9O)₄Ti 1700部にブタノールを加え、10wt%溶液とし、これに微粒子のSiO₂(粒径0.01~0.05 μ m)100部を添加し充分分散混合する。この分散液を基板上に塗布したのち、100℃で1時間乾燥した後、600~700℃で9時間焼成し、酸化物薄膜とした。このものを粉碎処理後フルイ処理して、板状の複合化粉末を得た。

この様にして得られた複合化粉末は、板状の二酸化チタンの粒子中に微粒子二酸化ケイ素を均一に分散して成る複合化粉末であり、両者の組成は、80wt%:20wt%であった。また粒子径が、5~6 μ m、粒子の厚みが、0.2~0.6 μ mの板状粒子であった。

製造例4 板状のチタン酸バリウムの粒子中に微粒子二酸化ケイ素及び微粒子酸化亜鉛を分散して成る複合化粉末

(二酸化ケイ素、酸化亜鉛含有板状チタン酸バリウム)

(C_4H_9O)₄Ti 219部及びナフテン酸Ba 450部にブタノールを加え、25wt%溶液とし、これに微

粒子の SiO_2 （粒径 $0.01\sim 0.05\mu\text{m}$ ）75部、及び微粒子の亜鉛華（粒径 $0.02\sim 0.08\mu\text{m}$ ）25部を添加し充分分散混合する。この分散液を基板上に塗布したのち、 95°C で1時間乾燥した後、 $500\sim 600^\circ\text{C}$ で8時間焼成し酸化物薄膜とした。このものを粉碎処理後フルイ処理して、板状の複合化粉末を得た。

この様にして得られた複合化粉末は、板状のチタン酸バリウム粒子中に微粒子二酸化ケイ素、及び微粒子酸化亜鉛をそれぞれ均一に分散して成る複合化粉末であり、3者の組成はそれぞれ、60wt%：30wt%：10wt%であった。また粒子径が、 $12\sim 18\mu\text{m}$ 、粒子の厚みが、 $0.4\sim 0.8\mu\text{m}$ の板状粒子であった。

〔実施例〕

次に、実施例を挙げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。配合量は、重量%である。なお化粧料の性能は、次の表に挙げた項目について、専門パネル15名による5段階評価で行った。

実施例1～3、比較例1～3

以下の各成分からパウダーファンデーションを調整した。

（以下余白）

第1表

	取れ	のび	むらつき	カバー力 (被覆力)	粉っぽさ	サンスクリーン効果 ± 1
1	悪い	悪い	むらつく	ない	粉っぽい	全くない
2	やや悪い	やや悪い	むらつく	ややない	やや粉っぽい	ない
3	普通	普通	普通	普通	普通	普通
4	やや良い	やや良い	むらづかない	ややある	粉っぽくない	ある
5	良い	良い	全くむらづかない	ある	全く粉っぽくない	非常にある

* 1 盛夏、海岸実使用テストでの結果（6時間日光曝露の後、判定した）

評価結果は、15名の平均値に基づいて、次の記号により示した。

- …… 4.5以上 5.0まで
- …… 3.5以上 4.5未満
- △ …… 2.5以上 3.5未満
- × …… 1.5以上 2.5未満
- XX …… 1.0以上 1.5未満

第2表

	実施例			比較例		
	1	2	3	1	2	3
(1)マイカ	tol100	"	"	"	"	"
(2)タルク	20	"	"	"	"	"
(3)二酸化チタン含有板状二酸化ケイ素(注1)	20	10	10	—	—	—
(4)二酸化チタン(粒径 $0.2\sim 0.5\mu\text{m}$)	—	10	5	10	—	15
(5)微粒子二酸化チタン(粒径 $0.01\sim 0.05\mu\text{m}$)	—	—	5	10	20	5
(6)亜鉛華	2	"	"	"	"	"
(7)酸化鉄顔料(赤,黄,黒)	2	"	"	"	"	"
(8)ジメチルポリシロキサン	4	"	"	"	"	"
(9)スクワラン	5	"	"	"	"	"
(10)リンゴ酸ジイソステアリル	3	"	"	"	"	"
(11)ソルビタンセスキオレエート	1	"	"	"	"	"
(12)防腐剤,香料	適量	"	"	"	"	"
取	○	○	○	△	XX	△
の	○	○	△	×	XX	△
び	○	○	○	△	×	○
む	○	○	○	○	△	○
ら	○	○	○	○	△	○
づ	○	○	○	○	△	○
き	○	○	○	○	△	○
カ	○	○	○	○	△	○
バ	○	○	○	○	△	○
ー	○	○	○	○	△	○
力	○	○	○	○	△	○
粉	○	○	○	○	△	○
っ	○	○	○	○	△	○
ぽ	○	○	○	○	△	○
さ	○	○	○	○	△	○
サ	○	○	○	○	△	○
ン	○	○	○	○	△	○
ス	○	○	○	○	△	○
ク	○	○	○	○	△	○
リ	○	○	○	○	△	○
ン	○	○	○	○	△	○
効	○	○	○	○	△	○
果	○	○	○	○	△	○

注1 製造例1の板状の二酸化ケイ素の粒子中に微粒子二酸化チタンを実質的に均一に分散して成る(組成比率50wt%:50wt%)複合化粉末(粒子径4~7 μ m)。

(製法)

成分(1)~(7)をヘンシェルミキサーで混合し、この混合物に対し成分(8)~(12)を加熱混合したものゝを添加し混合する。このものをバルベライザーで粉碎しこれを、中皿に成型してパウダーファンデーションを調整した。

表2より明らかなように、本発明の複合化粉末を配合してなるパウダーファンデーション(実施例1)は伸展性が良く仕上りのきれいな、且、サンスクリーン効果の高いものであった。又、二酸化チタン粉末、微粒子二酸化チタン粉末との組合わせで処方構成された化粧品(実施例2、3)は、高い被覆力を付与でき、サンスクリーン効果も、高いものであった。一方、比較例1~3は、本発明の化粧品と同程度のサンスクリーン効果を

得ようとした場合、いずれものびが重く、むらつきし、粉っぽさが目立ち、使用感の悪いものであった。

実施例4~6、比較例4~6

以下の各成分から油性スチックファンデーションを調整した。

(以下余白)

第3表

	実施例			比較例		
	4	5	6	4	5	6
(1)マイカ	to100	"	"	"	"	"
(2)カオリン	10	"	"	"	"	"
(3)二酸化ケイ素含有板状酸化亜鉛(注2)	25	15	15	-	-	-
(4)二酸化チタン (粒径0.2~0.5 μ m)	-	10	5	-	10	15
(5)微粒子二酸化チタン (粒径0.01~0.05 μ m)	-	-	5	25	15	10
(6)酸化鉄顔料(赤,黄,黒)	3.5	"	"	"	"	"
(7)スクワラン	42	"	"	"	"	"
(8)ソルビタンイソステアレート	1.5	"	"	"	"	"
(9)カルナバロウ	1.5	"	"	"	"	"
(10)アリストワックス	4.5	"	"	"	"	"
(11)パラジメチル安息香酸エチルヘキシルエステル	0.5	"	"	"	"	"
(12)防腐剤,香料	適量	"	"	"	"	"
取 れ	○	○	○	XX	×	△
の び	○	○	○	XX	×	△
む ら づ き	○	○	○	×	△	△
カ バ ー 力	○	○	○	×	○	○
粉 っ ぽ さ	○	○	○	×	△	△
サンスクリーン効果	○	○	○	○	○	△

注2 製造例2の、板状の酸化亜鉛の粒子中に微粒子二酸化ケイ素を実質的に均一に分散して成る(組成比率70wt%:30wt%)複合化粉末(粒子径8~15 μ m)。

(製法)

成分(1)~(6)をヘンシェルミキサーで混合する。別に成分(7)~(11)を加熱溶解混合しこれに予め混合しておいた(1)~(6)を加え攪拌機で分散混合する。このものをローラー処理し、練ったものを加熱し再溶解する。脱泡後、(12)を加え、緩やかに混合し、85~90℃に加熱して所定の容器に流しこみ充填し、これを冷却して油性スチックファンデーションを調整した。

表3から明らかなように本発明の複合化粉末を配合してなる油性スチックファンデーション(実施例4)は伸展性が良く仕上りのきれいな、且、サンスクリーン効果の高いものであった。又、二酸化チタン粉末、微粒子二酸化チタン粉末との組合わせで処方構成された化粧品(実施例5、6)

は、高い被覆力を付与でき、サンスクリーン効果も、高いものであった。一方、比較例4～6は、本発明と同程度のサンスクリーン効果を得ようとした場合、いずれものびが重く、むらづきし、粉っぽさが目立ち、使用感触の悪いものであった。

実施例7～9、比較例7～9

以下の各成分から両用パウダーファンデーションを調整した。

(以下余白)

第4表

	実施例			比較例		
	7	8	9	7	8	9
(1)疎水化処理マイカ	to100	"	"	"	"	"
(2)疎水化処理タルク	15	"	"	"	"	"
(3)疎水化処理二酸化ケイ素 含有板状二酸化チタン(注3)	20	10	10	—	—	—
(4)疎水化処理二酸化チタン (粒径0.2-0.5 μ m)	—	10	5	10	—	15
(5)疎水化処理微粒子二酸化 チタン(粒径0.01-0.05 μ m)	—	—	5	10	20	5
(6)ナイロンパウダー	10	"	"	"	"	"
(7)亜鉛華	2	"	"	"	"	"
(8)疎水化処理酸化鉄顔料 (赤、黄、黒)	2	"	"	"	"	"
(9)ジメチルポリシロキサン	6	"	"	"	"	"
(10)流動パラフィン	2	"	"	"	"	"
(11)リンゴ酸ジ イソステアリル	3	"	"	"	"	"
(12)ソルビタントリオレート	1.5	"	"	"	"	"
(13)防腐剤、香料、紫外線吸収剤	適量	"	"	"	"	"
取	○	○	○	△	XX	△
の	○	○	○	△	×	△
び	○	○	○	×	×	○
むらづき	○	○	○	○	△	○
カバール	○	○	○	○	△	○
粉っぽさ	○	○	○	△	×	△
サンスクリーン効果	○	○	○	○	○	△

注3 製造例3の、板状の酸化チタンの粒子中に微粒子二酸化ケイ素を実質的に均一に分散して成る(組成比率80wt%:20wt%)複合化粉をメチルヒドロジェンポリシロキサンにより疎水化処理したもの[メカノケミカル法(粒子径5～6 μ m)]。

(製法)成分(1)～(8)をヘンシェルミキサーで混合し、この混合物に対し成分(8)～(12)を加熱混合したものを添加し混合する。このものをバルベライザーで粉碎しこれを、中皿に成形して両用パウダーファンデーションを調整した。

表4から明らかなように本発明の両用パウダーファンデーションは、取れ、のび、むらづき、カバール、粉っぽさ及びサンスクリーン効果に優れていた。

実施例10、比較例10～12

以下の各成分から化粧下地を調整した。

第5表

	実施例	比較例	
	10	10	11 12
(1)二酸化ケイ素含有 板状二酸化チタン(注4)	10	—	—
(2)二酸化チタン (粒径0.1-0.6 μ m)	—	10	—
(3)微粒子二酸化チタン (粒径0.01-0.07 μ m)	—	—	10
(4)微粒子酸化亜鉛 (粒径0.02-0.08 μ m)	—	—	10
(5)タルク	3	"	"
(6)カオリン	2	"	"
(7)ステアリン酸	2	"	"
(8)セチルアルコール	0.3	"	"
(9)流動パラフィン	20	"	"
(10)ポリオキシエチレン(10モル) オレイン酸エステル	1	"	"
(11)ソルビタントリオレート	1	"	"
(12)プロピレングリコール	5	"	"
(13)ポリエチレングリコール4000	5	"	"
(14)トリエタノールアミン	1	"	"
(15)ビーガム	0.5	"	"
(16)精製水	49.2	"	"
(17)香料、防腐剤	適量	"	"
の	○	△	XX XX
び	○	△	×
むらづき	○	○	△
カバール	○	○	△
粉っぽさ	○	○	○
サンスクリーン効果	○	○	○

注4 製造例3の、板状の酸化チタンの粒子中に微粒子の二酸化ケイ素を実質的に均一に分散して成る(組成比率80wt%:20wt%)複合化粉末(粒子径5~6 μ m)。

(製法)

成分(1)~(6)をヘンシェルミキサーで混合し、バルベライザーにより粉碎処理する。(16)に(12)~(15)を加え加熱溶解する。これに予め混合粉碎した顔料部(1)~(6)を加え分散させた後70℃に保つ[水相]。

他の成分(7)~(11)及び(17)を攪拌混合し加熱溶解して70℃に保つ[油相]。

水相に油相を攪拌しながら加え、乳化した後、攪拌しながら室温まで冷却し所定の容器に充填し、化粧下地を調整した。

本発明の複合化粉末を配合して成る化粧下地(実施例10)は、のびが軽くむらづきしない、適度なカバー効果を有する化粧下地であり、それ自体に強いサンスクリーン効果を有していた。又フ

ァンデーションのつきが良く、化粧肌を美しく見せるものであった。一方比較化粧下地(比較例10、11、12)で、本発明の化粧料と同程度のサンスクリーン効果を得ようとした場合、いずれものびが非常に悪く、むらづきし、ファンデーションのつきが悪くなり、化粧下地として不適なものであった。

比較例13 化粧下地

(1)微粒子二酸化チタン (粒径0.1~0.6 μ m)	2
(2)タルク	3
(3)カオリン	2
(4)ステアリン酸	2
(5)セチルアルコール	0.3
(6)流動パラフィン	23
(7)ポリオキシエチルレン (10モル)オレイン酸エステル	1
(8)ソルビタントリオレート	1
(9)オキシベンゾン	1

(10)パラジメチル安息香酸 エチルヘキシルエステル	4
(11)プロピレングリコール	5
(12)ポリエチレングリコール4000	5
(13)トリエタノールアミン	1
(14)ビーガム	0.5
(15)精製水	49.2
(16)香料、防腐剤	適量

比較例13で得られた化粧下地は、紫外線吸収剤を多量配合して、本発明の化粧下地と同程度のサンスクリーン効果を得ようとしたものであるが、経時安定性試験で、紫外線吸収剤の析出及び劣化による変色を生じ、化粧料として不適なものであった。

実施例11 サンスクリーンクリーム

(1)ミツロウ	6.0
(2)セタノール	5.0

(3)ラノリン	7.0
(4)スクワラン	33.5
(5)脂肪酸グリセリン	4.0
(6)モノステアリン酸グリセリン	1.8
(7)ポリオキシエチルレン(20モル) ソルビタンセスキソ ステアリン酸エステル	2.2
(8)香料	0.5
(9)防腐剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤	適量
(10)プロピレングリコール	5.0
(11)精製水	30.0
(12)二酸化ケイ素、酸化亜鉛含有 板状チタン酸バリウム(注5)	5.0

注5 製造例4の板状のチタン酸バリウムの粒子中に微粒子二酸化ケイ素及び微粒子酸化亜鉛を均一に分散して成る複合化粉末(粒子径12~18 μ m)。

(製法)

(11)に(10)を加え攪拌混合し、これに(12)を加

え十分分散混合する。このものを加熱し70℃に保つ〔水相〕。

一方、(1)～(9)を混合し加熱溶解して70℃に保つ〔油相〕。この油相部を前述の水相部に加えて予備乳化を行い、ホモミキサーで均一に乳化し、熱交換器により30℃まで冷却し、所定の容器に充填した。一方本発明のサンスクリーンクリームから本発明の複合化粉末(12)を除去し(4)に置換したクリームを同様の工程で調整し比較用クリーム処方(比較例14)を調整した。

この様にして得られた本発明のクリーム11は比較用クリーム14に比較し、格段に高い紫外線防止効果があり、又、塗布後もべたつき感のないさっぱりとした感触のサンスクリーンクリームであった。

特許出願人 株式会社 資生堂